

09/856162

PCT/JP00/06832

日 本 国 特 許 庁

02.10.00

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JP00/6832

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

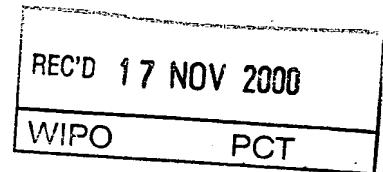
2000年 2月 7日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-029118

出 願 人
Applicant(s):

積水化学工業株式会社



KU

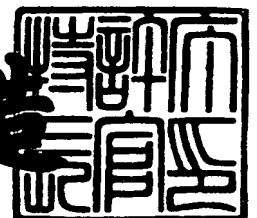
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年11月 6日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3090053

【書類名】 特許願

【整理番号】 00P00282

【提出日】 平成12年 2月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 5/30
C08G 61/08

【発明者】

【住所又は居所】 京都市南区上鳥羽上調子町 2 - 2 積水化学工業株式会
社内

【氏名】 澤田 貴彦

【発明者】

【住所又は居所】 京都市南区上鳥羽上調子町 2 - 2 積水化学工業株式会
社内

【氏名】 小林 仁

【特許出願人】

【識別番号】 000002174

【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社

【代表者】 大久保 尚武

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成11年特許願第283053号

【出願日】 平成11年10月 4日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005083

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 偏光板保護フィルム及び偏光板

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムに、ポリウレタン樹脂層が形成されていることを特徴とする偏光板保護フィルム。

【請求項 2】 熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムに、ポリウレタン樹脂層及びポリビニルアルコール層がこの順に形成されていることを特徴とする偏光板保護フィルム。

【請求項 3】 前記ポリウレタン樹脂層が、ポリイソシアネート変性体を含むポリウレタン接着剤からなることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の偏光板保護フィルム。

【請求項 4】 前記ポリウレタン樹脂層が、水系のポリウレタン接着剤からなることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の偏光板保護フィルム。

【請求項 5】 請求項 1、2、3 又は 4 記載の偏光板保護フィルムが、偏光子の少なくとも片面に、ポリビニルアルコール系接着剤によるウェットラミネートにより接着されていることを特徴とする偏光板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は偏光板保護フィルム及びこれを用いた偏光板に関する。

【0002】

【従来の技術】

液晶ディスプレイ等に用いられる偏光板は、偏光子の両面に保護フィルムが積層されて形成されている。

【0003】

従来、偏光子としては、沃素又は二色性染料が吸着された延伸ポリビニルアルコールフィルムが使用され、保護フィルムとしては、トリアセチルセルロースフィルムが使用されている。

しかしながら、トリアセチルセルロースフィルムは耐熱性及び耐湿性が充分で

なく、高温下若しくは高湿下で使用すると、偏光子とトリアセチルセルロースフィルムが剥離したり、トリアセチルセルロースが加水分解して透明性が低下し偏光板性能が低下したり、偏光子の偏光度が低下するという欠点があった。

【0004】

さらに、高温環境下で、ポリビニルアルコール（以下、PVAという）の配向緩和が起き、偏光板保護フィルムのトリアセチルセルロース（以下、TACという）に応力が発生したとき大きな複屈折を有することになり、偏光度の低下がもたらされるため、LCDの表示ムラやコントラスト低下が起こるという問題点があった。

【0005】

上記の問題点を解決するために、TACの代わりに、偏光板保護フィルムとして熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂が提案されている。

しかしながら、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂は、従来の接着方法、即ち、TAC、PVAとの接着に用いるPVA系接着剤を使用して接着を行うと接着が不十分となる。

【0006】

そこで、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂とPVAとを接着する方法として、例えば、特開平5-212828号公報等にアクリル系粘着剤層を設けて加熱加圧する方法が提案されている。

【0007】

しかしながら、この方法では加熱圧着が必須であり、加熱時間も長いため、PVA偏光素子の変色若しくは退色して偏光機能が消失するか、消失しないまでも、変形収縮したり劣化して偏光度が低下するという問題点があった。

また、一定時間の加熱圧着が必要なため、生産効率が低く、さらに、フィルム全体に対して、加熱と加圧を要するため、生産設備が高価となるばかりか、加熱温度と加圧にバラツキが生じると粘着強度ムラとなって、耐久性が低くなり、品質が低下するという問題点があった。さらには、この方法においては、PVA系接着剤を用いて偏光子と偏光板保護フィルムとをウェットラミネート接着するという従来の接着方法をそのまま用いることができないという課題があった。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであり、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂からなるフィルムにポリウレタン樹脂層を設けることによって、前記課題を解決した偏光板保護フィルム及びこれを用いた偏光板を提供することを目的とする。また、本発明は、PVA系接着剤を用いて偏光子と偏光板保護フィルムとをウェットラミネート接着する、従来の接着方法をそのまま採用しても、十分な接着強度を有する偏光板を提供することを目的とする。

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明は、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムに、ポリウレタン樹脂層が形成されていることを特徴とする偏光板保護フィルムを提供するものである。

【 0 0 1 0 】

また、本発明は、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムに、ポリウレタン樹脂層及びPVA層がこの順に形成されていることを特徴とする偏光板保護フィルムを提供するものである。

【 0 0 1 1 】

さらに、本発明は、前記ポリウレタン樹脂層が、ポリイソシアネート変性体を含むポリウレタン接着剤からなることを特徴とする前記の偏光板保護フィルムを提供するものである。

【 0 0 1 2 】

また、本発明は、前記ポリウレタン樹脂層が、水系のポリウレタン接着剤からなることを特徴とする前記の偏光板保護フィルムを提供するものである。

【 0 0 1 3 】

また、本発明は、前記偏光板保護フィルムが、偏光子の少なくとも片面に、ポリビニルアルコール系接着剤によるウェットラミネートにより接着されていることを特徴とする偏光板を提供するものである。

【 0 0 1 4 】

以下、本発明の構成について詳述する。

【0015】

本発明で用いる熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂とは、例えば、特開平3-14882号公報、特開平3-122137号公報などに開示されている公知の樹脂であり、本発明においてはこれら従来公知の熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂を好適に使用することができる。例えば、ノルボルネン系の開環重合体、水素添加物、ノルボルネン系モノマーの付加重合体、ノルボルネン系モノマーと、エチレン、 α -オレフィンなどのオレフィン系モノマーとの付加重合体；ノルボルネン系モノマーとシクロペンテン、シクロオクテン、5,6-ジヒドロジシクロペンタジエンなどの環状オレフィン系モノマーとの付加重合体、及びこれらの樹脂の変性物等が挙げられる。

【0016】

熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂を構成するモノマーを例示すると、例えば、ノルボルネン、5-メチル-2-ノルボルネン、5-エチル-2-ノルボルネン、5-ブチル-2-ノルボルネン、5-エチリデン-2-ノルボルネン、5-メトキシカルボニル-2-ノルボルネン、5,5-ジメチル-2-ノルボルネン、5-シアノ-2-ノルボルネン、5-メチル-5-メトキシカルボニル-2-ノルボルネン、5-フェニル-2-ノルボルネン、5-フェニル-5-メチル-2-ノルボルネン、エチレン-テトラシクロドデセン共重合体、6-メチル-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-エチル-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-エチリデン-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-クロロ-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-シアノ-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-ピリジル-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、6-メトキシカルボニル-1,4:5,8-ジメタノ-1,4,4a,5,6,7,8,8a-オクタヒドロナフタレン、1,4-ジメタノ-1,4,4a,4

b, 5, 8, 8a, 9a-オクタヒドロフルオレン、5, 8-メタノー1, 2, 3, 4, 4a, 5, 8, 8a-オクタヒドロ-2, 3-シクロペンタジエノナフタレン、4, 9:5, 8-ジメタノー3a, 4, 4a, 5, 8, 8a, 9, 9a-オクタヒドロ-1H-ベンゾインデン、4, 11:5, 10:6, 9-トリメタノーa, 4, 4a, 5, 5a, 6, 9, 9a, 10a, 11, 11a-ドデカヒドロ-1H-シクロペンタアントラセン等が挙げられる。

【0017】

上記ノルボルネン系モノマーの重合方法は公知の方法でよく、必要に応じて、他の共重合可能なモノマーと共重合したり、水素添加によりノルボルネン系重合体水素添加物とすることができる。また、重合体や重合体水素添加物を、公知の方法により、 α -, β -不飽和カルボン酸及びその誘導体、スチレン系炭化水素、オレフィン系不飽和結合、及び、加水分解可能な基を持つ有機ケイ素化合物、不飽和エポキシ単量体などを用いて変性させてもよい。

【0018】

上記重合は、重合媒体として、Ir、Os、Ruの三塩化物の含水塩、MoC₁₅、WC₁₆、ReCl₅、(C₂H₅)₃Al、(C₂H₅)₃Al/TiCl₄、(π -C₄H₇)₄Mo/TiCl₄、(π -C₄H₇)₄W/TiCl₄、(π -C₃H₅)₃Cr/WCl₆等を用いて行うことができる。

【0019】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂としては、例えば、日本ゼオン社製、商品名「ZEONOR」、「ZEONEX」；ジェイエスアール社製、商品名「ARTON」；日立化成工業社製、商品名「OPTOREZ」；三井石油化学社製、商品名「APEL」等が市販品として上市されている。

【0020】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂の数平均分子量は、小さくなると耐湿性が低下し透湿度が大きくなり、大きくなるとフィルム成形性が低下するので、トルエン溶媒によるゲル・パーミエーション・クロマトグラフィ（GPC）で測定して、2万5千～10万が好ましく、より好ましくは3万～8万である。

【0021】

熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムの製造方法は、公知の任意の方法が採用されてよく、例えば、溶液流延法、溶融成形法等により製膜することが出来る。

【0022】

溶液流延法で製膜するには、まず、例えば、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クロロベンゼン、トリエチルベンゼン、ジエチルベンゼン、イソプロピルベンゼン等の高沸点溶媒、又は、これら高沸点溶媒とシクロヘキサン、ベンゼン、テトラヒドロフラン、ヘキサン、オクタン等の低沸点溶媒との混合溶媒に、上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂を好ましくは5～60wt%溶解して樹脂溶液を得る。

【0023】

次に、得られた樹脂溶液をバーコーター、ドクターナイフ、メイアバー、ロール、Tダイ等を用いて、ポリエチレンテレフタレートなどの耐熱性フィルム、スチールベルト、金属箔等上に流延し、加熱乾燥する。

【0024】

溶融成形法で製膜するには、Tダイを用いた方法や、インフレ法などの溶融押出法、カレンダー法、熱プレス法、射出成形法などが用いられる。

【0025】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムの厚みは、通常5～100 μ mが好ましくは、より好ましくは10～80 μ mである。

フィルムの厚みが5 μ m未満では強度が低下するだけでなく、偏光板の耐久試験を行うとカールが大きくなるなどの問題がある。反対に100 μ mを超えると透明性が低下するだけでなく、透湿度が小さくなりPVA接着剤の溶剤である水の乾燥が遅くなるという問題がある。

【0026】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムには、本発明の効果を損なわない範囲において、フィルムの耐熱性、耐紫外線性、平滑性等を向上させるために、フェノール系、リン系などの老化防止剤；フェノール系などの熱劣化防止剤；アミン系などの帯電防止剤；脂肪族アルコールのエステル、多価アルコールの部

分エステルなどの滑剤；ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、アクリロニトリル系紫外線吸収剤などの紫外線吸収剤；フッ素系ノニオン界面活性剤、特殊アクリル樹脂系レベリング剤、シリコン系レベリング剤などのレベリング剤等が添加されてもよい。

【0027】

本発明の偏光板保護フィルムは、上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムの少なくとも片面にポリウレタン樹脂層が形成されたものであり、該ポリウレタン樹脂層は、熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムにポリウレタン接着剤を塗布することによって形成される。

【0028】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムには、ポリウレタン樹脂層を設ける前に、表面処理を施すことが好ましい。

表面処理としては、コロナ放電処理、紫外線照射処理などが挙げられ、好ましくはぬれ指数で45 dyn/cm以上、さらに好ましくは50 dyn/cm以上の表面状態にすればよい。ぬれ指数とは、Zismanによる臨界表面張力を意味し、JIS K 8768に基づき標準ぬれ試薬で測定される。

【0029】

本発明において、ポリウレタン樹脂層とは、ポリイソシアネートとポリオール等の活性水素を含む材料から得た樹脂をいい、ポリウレタン接着剤を薄膜に塗布して形成させる。ポリウレタン接着剤としてはラミネーション用として用いられているものが好ましい。

【0030】

上記ポリウレタン接着剤は末端にNCO基を有し、空気中の水分や被着材表面の吸着水などと反応して硬化する1液型接着剤、又は、末端にOH基を有する主剤とNCO基を有する硬化剤とからなる2液型接着剤のいずれを用いてもよい。

ウレタン樹脂層形成後にロール状に巻き取ることが多いために、接着剤溶液の塗布乾燥後に指触してタックがないことが必要であり（タックがあると巻き取ったときにブロッキングが発生する）、この点からポリイソシアネート変性体を含む1液型が好ましい。

【0 0 3 1】

ポリイソシアネート変性体とは、例えば、ウレタン変性体、アロハネート、ビュレット、ウレア変性体、イソシアネートプレポリマーなどである。

ウレタン変性体とは、単量体のポリイソシアネート NCO/OH モル比率を少なくとも 2 : 1、またはそれ以上の比率で変性したものであり、 OH 剤としては単量体のポリオール、例えば、TMP、~~TDI~~、~~IPDI~~、~~MDI~~ などを用いるもので、TMP と TDI のアダクト体、HDI アダクト体、IPDI アダクト体などが挙げられる。アロハネート変性体とは、ポリイソシアネートと多官能ヒドロキシルの部分反応によって生成したもののうち、ウレタンがイソシアネートと反応して生成したアロハネート結合を持ち、末端 NCO の構造のものをいう。

【0032】

上記ウレア変性体とはポリイソシアネートとアミン化合物の部分的反応によって生成したもののうち、イソシアネートとアミンと反応し生成したウレア結合を持ち、末端NCO構造のものをいう。ビュレット変性体とは、ポリイソシアネートとアミン化合物の部分的反応または水との反応によって生成したもののうち、ビュレット結合を持ち、末端NCO構造のものをいう。

ウレタンプレポリマーとは、ポリイソシアネートとポリオールとの反応で得られる末端がNCO基の化合物であるイソシアネートプレポリマーをいう。

【 0 0 3 3 】

本発明において、上記ポリウレタン接着剤はポリイソシアネート変性体の他に、ポリイソシアネートや、その他の添加剤を含んでいてもよい。また、上記ポリウレタン接着剤は、溶剤系であってもよく、水系であってもよい。

【0034】

溶剤系のポリウレタン接着剤の市販品としては、例えば、東洋モートン社製「CAT-56」、「TM-225B」等が挙げられる。用いられる溶剤としては、均一に溶解すれば特に限定されるものでないが、例えば、酢酸エチルなどが好適に用いられる。

【 0 0 3 5 】

上記水系のポリウレタン接着剤は、水を希釈溶媒として用いるポリウレタン接

着剤のことであって、具体的には、エマルジョン、コロイド分散液、水溶液等が挙げられる。水系のウレタン接着剤の市販品としては、例えば、エマルジョンとして水に分散したポリエステルポリオールに、ポリイソシアネート変性体の硬化剤を用いる、東洋モートン社製「EL-436A」（主剤）、「EL-436B」（硬化剤）等が挙げられる。

【0036】

ポリイソシアネートとしては、2以上のNCOを持つ化合物であれば、特に限定されるものでなく、例えば、トルエンジイソシアネート(TDI)、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)、1,5-ナフタレンジイソシアネート(NDI)、トリジンジイソシアネート(TODI)、HDI(ヘキサメチレンジイソシアネート)、IPDI(イソホロンジイソシアネート)、p-フェニレンジイソシアネート、トランスシクロヘキサン1,4-ジイソシアネート、XDI、水添XDI、水添MDI、リジンジイソシアネート(LDI)、テトラメチルキシレンジイソシアネート(TMxDI)、リジンエステルトリイソシアネート、1,6,11-ウンデカントリイソシアネート、1,8-ジイソシアネート-4-イソシアネートメチルオクタン、1,3,6-ヘキサメチレントリイソシアネート、ビスシクロヘプタントリイソシアネート、トリメチルヘキサメチレントリイソシアネートなどが挙げられる。

【0037】

また、その他の添加剤とは、例えば、シランカップリング剤、チタンカップリング剤などのカップリング剤；テルペン樹脂、フェノール樹脂、テルペン-フェノール樹脂、ロジン樹脂、キシレン樹脂などの粘着付与剤；紫外線吸収剤、酸化防止剤、耐熱安定剤、耐熱加水分解安定剤などの安定剤等を用いてもよい。

【0038】

ポリウレタン樹脂層の厚みは、乾燥後で0.01~20 μ mが好ましく、さらに好ましくは0.05~10 μ mである。厚みが、0.01 μ m未満であると十分な接着力が得られず、20 μ mを超えると耐湿試験で偏光板の退色が起こり易くなる。

【0039】

ポリウレタン樹脂層は、乾燥後の厚み、塗布の円滑性などを考慮して、ポリウレタン接着剤を適当な濃度（例えば1～50重量%）に希釈した後、公知の技術（グラビアコーター、マイクログラビアコーター、メイヤーバーなど）により、塗布乾燥して形成される。

【0040】

本発明では、上記ノルボルネン系樹脂フィルム巻取りの際のブロッキングを防止する観点から、ポリウレタン樹脂層の上に、さらにPVA層を形成することができる。PVA層の成分は、PVA単独でもホウ酸が添加されていてもよい。PVAの分子量、鹸化度は特に限定されないが、好ましくは重合度800～4,000、鹸化度90モル%以上である。ホウ酸の添加量が、PVAの重量分率で20wt%を超えると架橋反応によるゲル化が促進され、水溶液の調製が困難になるので、20wt%以下が好ましい。PVAはホウ酸が添加されなくても、実用上十分の性能を発揮することができる。

【0041】

上記PVA層の形成方法は、PVA水溶液を塗布乾燥して形成する方法、又は、市販のPVAフィルムを貼り付ける方法のいずれを用いてもよいが、厚みの調整や接着力を考慮するとPVA水溶液を塗布して形成する方法が好ましい。

PVA水溶液の濃度は、接着性、塗布の円滑性などを考慮して適宜決定されるが、例えば、1～20重量%が好ましい。塗布方法は従来公知の技術により行うことができる。

【0042】

PVA層の厚みは0.01～20 μ mが好ましく、さらに好ましくは0.05～10 μ mである。厚みが、0.01 μ m未満であると厚みの制御が困難になり、20 μ mを超えると切断面から水が侵入しやすくなり、耐湿試験を行うと額縁上に色が抜けやすくなる。

【0043】

上記熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムを、偏光板保護フィルムとして、偏光子の少なくとも片面に積層することにより、偏光板が製造される。

偏光子は、通常、偏光子の機能を有するPVA製フィルム又はシートが使用さ

れ、例えば、PVAフィルムにヨウ素を吸着させた後、ホウ酸浴中で一軸延伸したPVA・ヨウ素系偏光子；PVAフィルムに二色性の高い直接染料を拡散吸着させた後一軸延伸したPVA・染料系偏光膜；PVAフィルムにヨウ素を吸着させ延伸してポリビニレン構造としたPVA・ポリビニレン系偏光膜などが挙げられる。

【0044】

偏光子の機能を有するPVA製フィルム又はシートは、ポリビニルアルコール系フィルムまたはシートを延伸したものであって、ポリビニルアルコールは、通常酢酸ビニルを重合したポリ酢酸ビニルを鹼化して製造されるが、本発明においては必ずしもこれらに限定されるものではなく、酢酸ビニルに、少量の不飽和カルボン酸（塩、エステル、アミド、ニトリル等を含む）、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等の共重合可能成分を共重合させてもよい。

鹼化度は、通常、85～100モル%が好ましく、より好ましくは98～100モル%である。

【0045】

また、PVAの平均重合度は、フィルム又はシートを成形可能であって延伸により偏光子の機能が発揮される重合度であれば、特に制限はされないが、通常1,000以上が好ましく、より好ましくは1,500～5,000程度である。

PVA偏光子は、これらのPVAを使用して常法により製造できる。

【0046】

本発明の偏光板保護フィルムは、少なくとも偏光子の片面に積層されていればよく、もう一方の面には透明性が高いフィルムを設けることができる。

勿論、偏光子の両面に熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂を使用してもよい。

少なくとも該フィルムを積層しなければならない片面とは、液晶セル側の面であり、これは該保護フィルムを使用しないと高温多湿下での位相差変化が抑えられないためである。

【0047】

偏光子に偏光板保護フィルムを積層する方法は、従来公知の方法により行われるが、PVA系接着剤を用いてウェットラミネートにより接着することが好まし

い。これは、偏光板保護フィルム上にPVA接着剤水溶液を塗布または適下し、対ロールで余分な水溶液をしごきながらラミネートし、それを熱風などで乾燥させて接着する方法である。

【0048】

(作用)

偏光板保護フィルムにノルボルネン系樹脂フィルムを用いることで光弾性定数を小さくすることができ、耐久試験でPVA偏光子の収縮により発生する応力が負荷されても保護フィルムには大きな位相差が発生することなく、偏光度の低下を抑えることができる。また、透湿度も鹼化TACにより小さくでき、偏光板の耐湿試験において水の侵入を抑えることができる。このノルボルネン系樹脂フィルムに、ウレタン樹脂層を設けることで従来の接着方法を用いることが可能となり、PVA系接着剤により十分な接着強度を得ることができる。

さらに、PVA層を積層することにより、偏光板保護フィルムを巻き取ってもブロッキングを抑制することができる。

【0049】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明を実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例にのみ限定されるものではない。

【0050】

高分子フィルムの調製

本発明の実施例に用いる高分子フィルムのノルボルネン系樹脂フィルム(1)及び(2)を、下記の溶液流延法により製膜した。また、比較例は、下記のポリカーボネートフィルム及び鹼化TACフィルムを用いた。

【0051】

・ノルボルネン系樹脂フィルム(1)

ノルボルネン系樹脂(JSR社製、商品名:ARTON)をトルエンに35wt%になるよう溶解し、PET工程フィルムに流延し、80℃で5分、120℃で5分、さらに工程フィルムから剥がした後に150℃で3分乾燥した。乾燥後の厚みは50μmであった。

【0052】

・ノルボルネン系樹脂フィルム(2)

ノルボルネン系樹脂(日本ゼオン社製、商品名: ZEONEX #490K)

をTダイによる溶融押出成形して、厚み50 μm のフィルムを得た。

【0053】

・ポリカーボネート(PC)フィルム

市販の70 μm のPCフィルム(帝人社製、品番: C-120-70)を用いた。

【0054】

・鹼化TACフィルム

市販の80 μm のTAC(富士写真フィルム社製、商品名: フジタッククリアー)を鹼化処理したフィルムを用いた。

【0055】

高分子フィルムの表面処理

ノルボルネン系樹脂フィルム(1)、(2)及びPCフィルムにコロナ放電処理を行った。処理後、ぬれ指示薬を用いたぬれ指数の測定では、いずれのフィルムも70 dyn/cm 以上であった。

【0056】

(実施例1)

ノルボルネン系樹脂フィルム(1)のコロナ処理面に、市販のポリウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名: CAT-56)を固形分10 $\text{wt}\%$ になるように酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し80℃2分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5~0.8 μm であった。

【0057】

(実施例2)

ノルボルネン系樹脂フィルム(2)のコロナ処理面に、市販のポリウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名: CAT-56)を固形分10 $\text{wt}\%$ になるよう酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し80℃2分間乾燥してポ

リウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5～0.8 μm であった。

【0058】

(実施例3)

ノルボルネン系樹脂フィルム(2)のコロナ処理面に、市販のポリウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名:TM-225B)を固形分10wt%になるよう酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#30で塗布し80℃2分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは2～3 μm であった。

【0059】

(実施例4)

ノルボルネン系樹脂フィルム(1)のコロナ処理面に、市販のポリウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名:CAT-56)を固形分10wt%になるよう酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し80℃2分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5～0.8 μm であった。さらに、その上にPVA粉末(クラレ社製、商品名:SI)の5wt%水溶液をメイヤーバー#8で塗布し、80℃2分間乾燥してPVA層を形成した。PVA層の乾燥後の厚みは0.7～1.1 μm であった。

【0060】

(実施例5)

ノルボルネン系樹脂フィルム(2)のコロナ処理面に、市販のウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名:CAT-56、)を固形分10wt%になるよう酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し80℃2分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5～0.8 μm であった。さらに、その上にPVA粉末(クラレ社製、商品名:SI)の5wt%水溶液をメイヤーバー#30で塗布し、80℃2分間乾燥してPVA層を形成した。PVA層の乾燥後の厚みは2.2～2.7 μm であった。

【0061】

(実施例6)

ノルボルネン系樹脂フィルム(2)のコロナ処理面に、市販のウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名: TM-225B)を固形分10wt%になるよう酢酸エチルで希釈した後、メイヤーバー#30で塗布し80℃2分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは2~3 μ mであった。さ(2)の上にPVA(クラレ社製、商品名: S1)の5wt%水溶液をメイヤーバー#8で塗布し、80℃2分間乾燥してPVA層を形成した。PVA層の乾燥後の厚みは0.7~1.1 μ mであった。

【0062】

(実施例7)

ノルボルネン系樹脂フィルム(1)のコロナ処理面に、市販のウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名: EL-436A/EL-436Bの重量比10:3配合物)を固形分5wt%になるように水で希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し90℃3分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5~0.8 μ mであった。

【0063】

(実施例8)

ノルボルネン系樹脂フィルム(1)のコロナ処理面に、市販のウレタン接着剤(東洋モートン社製、商品名: EL-436A/EL-436Bの重量比10:3配合物)を固形分5wt%になるよう水で希釈した後、メイヤーバー#8で塗布し90℃3分間乾燥してポリウレタン樹脂層を形成した。ポリウレタン樹脂層の乾燥後の厚みは0.5~0.8 μ mであった。

さらに、その上にPVA粉末(クラレ社製、商品名: クラレポパールPVA-117H)の5wt%水溶液をメイヤーバー#8で塗布し、80℃3分間乾燥してPVA層を形成した。PVA層の乾燥後の厚みは0.5~0.8 μ mであった。

【0064】

(比較例1)

PCフィルムのコロナ処理面に、実施例1と同様にしてポリウレタン樹脂層を形成した。

【 0 0 6 5 】

(比較例 2)

P C フィルムのコロナ処理面に、実施例 4 と同様にしてポリウレタン樹脂層及び P V A 層を形成した。

【 0 0 6 6 】

(比較例 3)

鹼化 T A C フィルムをそのまま使用した。

【 0 0 6 7 】

偏光子の作製

鹼化度 9 9 % の厚み 7 5 μ m の P V A 未延伸フィルムを室温水で洗浄した後、縦一軸に 5 倍延伸を行った。このフィルムの緊張状態を保持したままヨウ素 0 . 5 w t % 、ヨウ化カリウム 5 w t % からなる水溶液に浸漬して二色性色素を吸着させた。さらに、ホウ酸 1 0 w t % 、ヨウ化カリウム 1 0 w t % からなる 5 0 $^{\circ}$ C の水溶液で 5 分間架橋処理を行い、本発明に用いる P V A 偏光子を得た。

【 0 0 6 8 】

ウェットラミネート接着による偏光板の作製

市販の P V A (クラレ社製、商品名 : S I) の 5 w t % 水溶液を調製し、メイヤーバー # 8 により実施例 1 ~ 8 及び比較例 1 ~ 3 で作製した保護フィルム上に塗布し、偏光子の両面にロールで余分な水溶液をしごきながらウェットラミネートした。これらを 4 5 $^{\circ}$ C で 7 2 時間乾燥した後、下記の評価を行い、その結果を表 1 ~ 表 3 に示した。

【 0 0 6 9 】

耐久評価

上記で得られた偏光板を 5 0 m m \times 5 0 m m の正方形に打ち抜き、耐久試験を行った。各耐久試験条件は、9 0 $^{\circ}$ C d r y 及び 6 0 $^{\circ}$ C 9 0 % R H について、各 5 0 0 H r まで観測した。5 0 0 H r の耐久試験前後における偏光度変化及び透過率変化を、下記の測定法により測定して表示特性を評価した。

【 0 0 7 0 】

ブロッキング評価

乾燥後のポリウレタン樹脂層につき、指触によるタックの有無、及び、ノルボルネン系樹脂フィルム片の接触によってポリウレタン樹脂層の接触跡発生の有無を目視により観察して、ブロッキングを評価した。

【0071】

光学測定方法

①透過率変化

透過率は、偏光板の退色を透過率の変化で測定した。測定は分光測色計（東京電色工業社製「TC-1800」）を用いて、Y値を計測した。

②偏光度変化

JIS K 7105に準拠し、全光線透過率を測定し、下記式で算出した。

$$\{ (Y_0 - Y_{90}) / (Y_0 + Y_{90}) \}^{1/2} \times 100$$

Y_0 ：偏光板の偏光軸を平行に揃えた2枚の全光線透過率。

Y_{90} ：偏光板の偏光軸を直交に揃えた2枚の全光線透過率。

【0072】

【表1】

耐久透過率変化		90℃ dry			60℃、90%RH		
		初期値、%	500Hr後、%	変化量、Δ%	初期値、%	500Hr後、%	変化量、Δ%
実 施 例	1	42.8	42.1	-0.7	42.9	43.8	0.9
	2	42.5	42.1	-0.4	42.3	42.8	0.5
	3	42.4	42.0	-0.4	42.2	42.7	-0.5
	4	42.6	41.8	-0.8	42.6	43.5	0.9
	5	42.1	41.7	-0.4	42.2	42.8	0.6
	6	42.1	41.5	-0.6	42.2	42.8	0.6
	7	41.8	41.2	-0.6	41.6	41.9	0.3
	8	41.2	40.6	-0.6	41.3	41.8	0.5
比 較 例	1	41.8	41.1	-0.8	41.6	43.9	2.3
	2	41.9	41.0	-0.9	42.0	43.8	1.8
	3	42.9	42.7	-0.2	42.8	49.8	7.0

【0073】

【表2】

耐久偏光度変化		90℃ dry			60℃、95%RH		
		初期値、%	500Hr後、%	変化量、Δ%	初期値、%	500Hr後、%	変化量、Δ%
実 施 例	1	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	2	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	3	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	4	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	5	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	6	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	7	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
	8	99.9	99.8	-0.1	99.9	99.8	-0.1
比 較 例	1	99.3	96.1	-3.2	99.3	99.0	-0.3
	2	99.4	95.4	-4.0	99.4	99.0	-0.4
	3	99.6	97.2	-2.4	99.6	96.9	-2.7

【0074】

【表 3】

ブロッキング

		タック	接触跡
実 施 例	1	な し	な し
	2	な し	な し
	3	な し	な し
	4	な し	な し
	5	な し	な し
	6	な し	な し
	7	な し	な し
	8	な し	な し
比 較 例	1	な し	な し
	2	な し	な し
	3	—	—

【0075】

以上の結果から、本発明の実施例は、比較例に比べ、500時間の高温高湿条件下での耐久試験後においても、透過率及び偏光度変化が小さく、優れた耐久性を有している。

【0076】

【発明の効果】

本発明の偏光板保護フィルムは、耐久性に優れた偏光板を提供することができる。また、偏光子と偏光板保護フィルムをウェットラミネートすることができるので、偏光子と偏光板保護フィルムの接着工程を従来の方法と変えることなく、偏光板を製造できるという利点を有する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温多湿下の環境下でも使用可能な液晶ディスプレイを製造するための、耐久性に優れた偏光板及び偏光板保護フィルムを提供する。

【解決手段】 熱可塑性飽和ノルボルネン系樹脂フィルムに、ポリウレタ樹脂層が形成された偏光板保護フィルム及びこれを用いた偏光板を使用する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[04000012174]

1. 変更年月日 1990年 8月29日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

氏 名 積水化学工業株式会社